

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-80737

(43)公開日 平成6年(1994)3月22日

| | | | | |
|--------------------------|------|----------|---------------|---------------------|
| (51)Int.Cl. ⁵ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
| C 0 8 F 220/56 | NMC | 7242-4 J | | |
| | MNH | 7242-4 J | | |
| 220/36 | MMR | 7242-4 J | | |
| D 2 1 H 17/37 | | 7199-3B | D 2 1 H 3/ 38 | 1 0 1 |
| | | | 審査請求 | 未請求 請求項の数10(全 15 頁) |

(21)出願番号 特願平4-254704

(22)出願日 平成4年(1992)9月24日

(31)優先権主張番号 特願平4-190476

(32)優先日 平4(1992)7月17日

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000003126

三井東圧化学株式会社

東京都千代田区霞が関三丁目2番5号

(72)発明者 石垣 一志

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井

東圧化学株式会社内

(72)発明者 渡辺 重男

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井

東圧化学株式会社内

(72)発明者 高木 斗志彦

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井

東圧化学株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 紙力増強剤の製造方法及びその利用

(57)【要約】

【構成】(メタ)アクリルアミド及び第3級アミノ基を有する塩基性ビニル化合物及び/またはそれらの有機ないし無機塩類を必須成分として、共重合可能なビニル化合物を重合pH7以上においてラジカル重合する紙力増強剤の製造方法。

【効果】比破裂強度、比圧縮強度等の紙力強度、あるいは、含水度において優れている。さらに抄造系のpH変動の影響を受けにくい等優れた効果を発揮する。

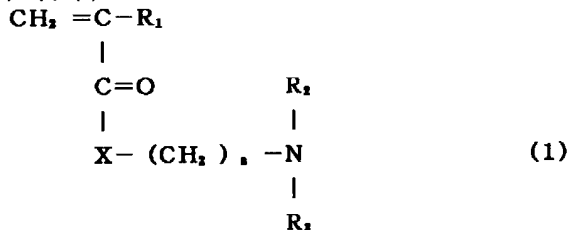
1

2

【特許請求の範囲】

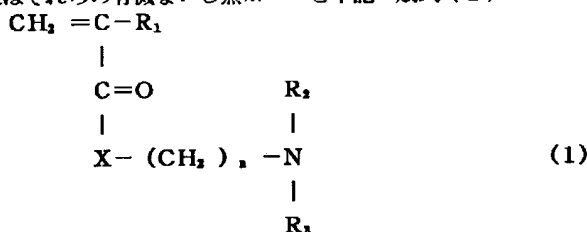
*ル%と、下記一般式(1)

【請求項1】 (メタ)アクリルアミド(a) 60~99.5モル%



(式中、R₁ は水素原子またはメチル基、R₂、R₃ は水素原子または炭素数1~3の低級アルキル基、nは1~4の整数、Xは酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機酸の塩類(b)を0.5~40モル% pH7以上でラジカル重合することを特徴とする紙力増強剤の製造方法。

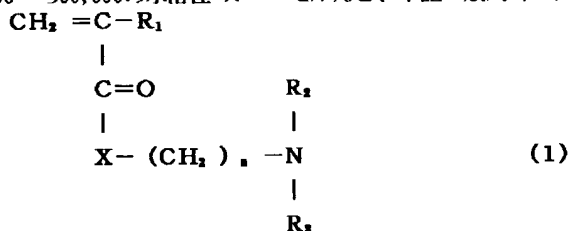
【請求項2】 (メタ)アクリルアミド(a)1~99モル%と下記一般式(1)



(式中、R₁ は水素原子またはメチル基、R₂、R₃ は水素原子または炭素数1~3の低級アルキル基、nは1~4の整数、Xは酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機酸の塩類(b)1~99モル%をラジカル重合することにより得られる重量平均分子量が1,000~500,000の水溶性

★高分子体(c)と、該水溶性高分子体(c)の1~70重量%に対し(メタ)アクリルアミド(a)30~99重量%をpH7以上の条件でラジカル重合を行うことを特徴とする紙力増強剤の製造方法。

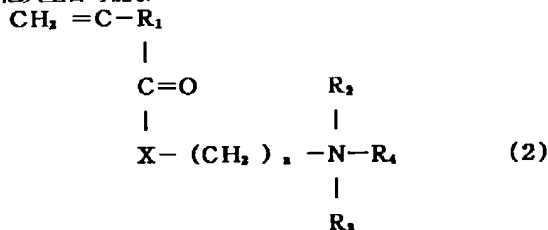
【請求項3】 (メタ)アクリルアミド(a) 60~99.49モル%と、下記一般式(1)



(式中、R₁ は水素原子またはメチル基、R₂、R₃ は水素原子または炭素数1~3の低級アルキル基、nは1~4の整数、Xは酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機酸の塩類(b)を0.5~30モル%その他共重合可能なビ

☆ニル化合物(d)0.01~10モル%をpH7以上でラジカル重合することを特徴とする紙力増強剤の製造方法。

【請求項4】 その他共重合可能なビニル化合物(d)が下記一般式(2)



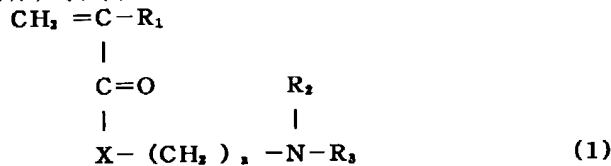
(式中、R₁ は水素原子またはメチル基、R₂、R₃ は水素原子または炭素数1~3の低級アルキル基、R₄ は炭素数1~3の低級アルキル基またはベンジル基、nは1~4の整数、Xは酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし

◆無機酸の塩類または、α、β-不飽和(モノ及び/又はポリ)カルボン酸及び/又はそれらの有機乃至無機塩類または架橋剤から選ばれた1種または2種以上の化合物であることを特徴とする請求項3記載の紙力増強剤の製造方法。

3

4

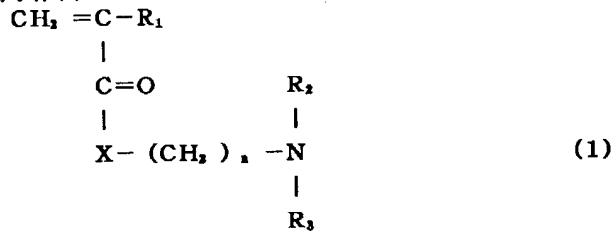
【請求項5】 (メタ) アクリルアミド(a)1~99モル% * *と下記一般式(1)



(式中、R₁ は水素原子またはメチル基、R₂、R₃ は水素原子または炭素数1~3の低級アルキル基、nは1~4の整数、Xは酸素原子あるいはNH基を示す。) で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機酸の塩類(b)1~99モル%をラジカル重合することにより得られる重量平均分子量が1,000~500,000の水溶性高分子体(c)と、該水溶性高分子体(c)の1~70重量%※

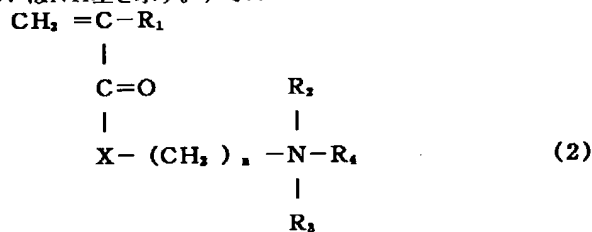
※に対し(メタ)アクリルアミド70~99モル%及びその他共重合可能なモノマー(d)1~30モル%の混合溶液を99~30重量%を、pH7以上の条件でラジカル重合を行うことを特徴とする紙力増強剤の製造方法。

【請求項6】 その他共重合可能なモノマー(d)が、下記一般式(1)



(式中、R₁ は水素原子またはメチル基、R₂、R₃ は水素原子または炭素数1~3の低級アルキル基、nは1~4の整数、Xは酸素原子あるいはNH基を示す。)で★

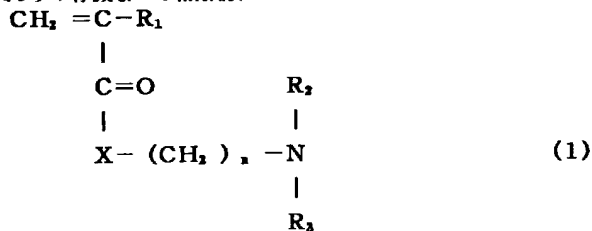
★表されるビニル化合物又はそれらの有機ないし無機酸の塩類または、下記の一般式(2)



(式中、R₁ は水素原子またはメチル基、R₂、R₃ は水素原子または炭素数1~3の低級アルキル基、R₄ は炭素数1~3の低級アルキル基またはベンジル基、nは1~4の整数、Xは酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物又はそれらの有機ないし無機酸☆

☆の塩類または、α、β-不飽和(モノ及び/又はポリ)カルボン酸又はそれらの有機ないし無機塩類または架橋剤から選ばれた1種または2種以上の化合物であることを特徴とする請求項5記載の紙力増強剤の製造方法。

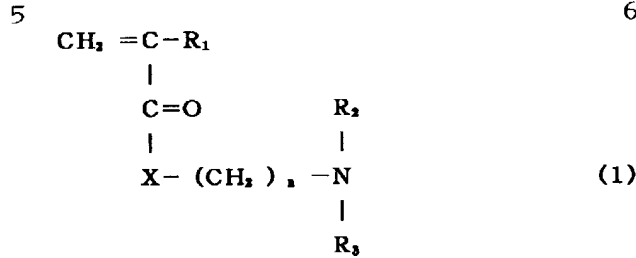
【請求項7】 下記一般式(1)



(式中、R₁ は水素原子またはメチル基、R₂、R₃ は水素原子または炭素数1~3の低級アルキル基、nは1~4の整数、Xは酸素原子あるいはNH基を表す。)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機酸の塩類(b)を、ラジカル重合することにより得られる重量平均分子量が1,000~500,000の水溶性高分子体◆

◆(e)と、該水溶性高分子体(e)の1~70重量%に対し(メタ)アクリルアミド30~99モル%をpH7以上の条件でラジカル重合を行うことを特徴とする紙力増強剤の製造方法。

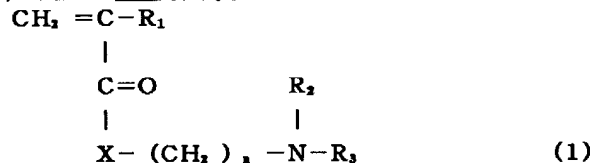
【請求項8】 下記一般式(1)



(式中、 R_1 は水素原子またはメチル基、 R_2 、 R_3 は水素原子または炭素数1～3の低級アルキル基、 n は1～4の整数、 X は酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機酸の塩類(b)を、ラジカル重合することにより得られる重量平均分子量が1,000～500,000の水溶性高分子体(e)と、該水溶性高分子体(e)の1～70重量%に対し*

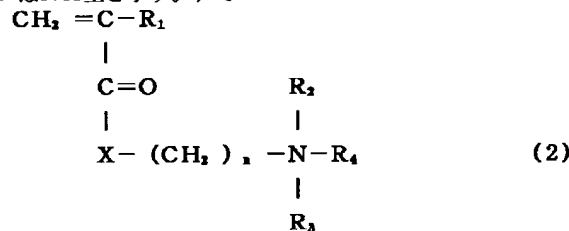
* (メタ) アクリルアミド70～99モル%及びその他共重可能なモノマー(d)1～30モル%の混合溶液を99～30重量%、pH7以上の条件でラジカル重合を行うことを特徴とする紙力増強剤の製造方法。

【請求項9】 その他共重可能なモノマー(d)が、下記一般式(1)



(式中、 R_1 は水素原子またはメチル基、 R_2 、 R_3 は水素原子または炭素数1～3の低級アルキル基、 n は1～4の整数、 X は酸素原子あるいはNH基を示す。)で

20※表されるビニル化合物又はそれらの有機ないし無機酸の塩類または、下記の一般式(2)



(式中、 R_1 は水素原子またはメチル基、 R_2 、 R_3 は水素原子または炭素数1～3の低級アルキル基、 R_4 は炭素数1～3の低級アルキル基またはベンジル基、 n は1～4の整数、 X は酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物又はそれらの有機ないし無機酸の塩類または α 、 β -不飽和(モノ及び/又はポリ)カルボン酸又はそれらの有機ないし無機塩類または架橋剤から選ばれた1種または2種以上の化合物であることを特徴とする請求項8記載の紙力増強剤の製造方法。

【請求項10】 請求項1～9に記載の何れかの紙力増強剤を用いて製造した紙。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は紙力増強剤の製造方法及びその利用に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来、抄造行程において使用されてきたポリアクリルアミド系紙力増強剤(以下、PAMと省略する)としては、アニオン性、マンニッヒ変性、あるいはホフマン変性等のPAMが各製紙会社のニーズを満たす様に種々組み合わせられ使用されてきた。しかしながら

30★ら、近年の環境保護に伴う排水規制による抄造系のクロード化、あるいは中性抄紙に伴うサイズ剤、填料等の製紙用薬剤の定着不良、汙水度の低下、さらにコストダウン等の問題が表面化してきており、これら様々な問題を解決するために、高性能、多機能PAMの開発が待たれている。

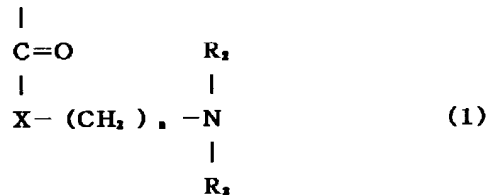
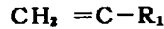
【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、一方では特開平03-227482に見られるように、アクリルアミドを主成分とし、第3級アミノ基を有するビニル化合物またはそれらの有機乃至無機酸の塩類及び/又は該第3級化アミノ基を有するビニル化合物と、4級化剤との反応により得られる第4級化物ビニル化合物の有機乃至無機の塩類、架橋性単量体を共重合することにより製造される紙力増強剤が使用されている。これらの紙力増強剤は、抄紙系(白水)に溶存している夾雑物イオンの影響を受け難く、広い有効抄紙pH領域を持ち、乾燥および湿潤強度が高い。また、サイズ剤、填料の定着率を高める効果も有している。さらに、洋紙分野において問題となる、PAMの高凝集力に起因するとされている紙の光学性能低下も少ない。しかしながら、汙水度、紙力強度面で

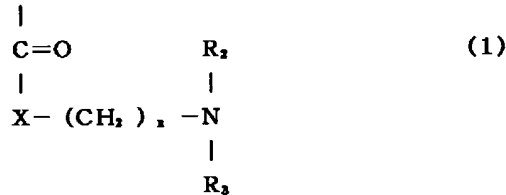
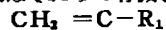
は未だ製紙会社のニーズを満たしていないのが現状である。本発明は、従来不十分であった汙水度、紙力強度を向上せしめ且つ、広い有効抄紙pH領域を有し、サイズ剤、填料等の製紙用薬剤の定着率向上、あるいは、光学性能低下抑制効果等が優れる紙力増強剤を提供するものである。

【0004】

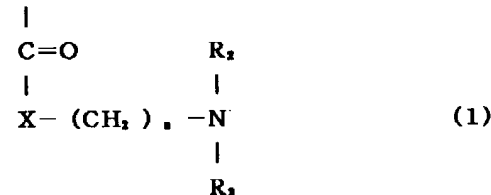
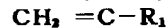
【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の第3級アミノ基を有するビニル化合物またはそれらの有機乃至無機酸の塩類を必須成分とし、その他共重合可能な



(式中、 R_1 は水素原子またはメチル基、 R_2 、 R_3 は水素原子または炭素数1～3の低級アルキル基、 n は1～4の整数、 X は酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無



(式中、 R_1 は水素原子またはメチル基、 R_2 、 R_3 は水素原子または炭素数1～3の低級アルキル基、 n は1～4の整数、 X は酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機酸の塩類(b)1～99モル%をラジカル重合することにより得られる重量平均分子量が1,000～500,000の水溶性



(式中、 R_1 は水素原子またはメチル基、 R_2 、 R_3 は水素原子または炭素数1～3の低級アルキル基、 n は1～4の整数、 X は酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機酸の塩類(b)を0.5～30モル%その他共重合可能な

* 化物ビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機の塩類、 α 、 β -飽和(モノ及び/又はポリ)カルボン酸及び/又はそれらの有機ないし無機塩類、架橋剤の中から選ばれた1種ないし2種のビニル化合物を、pH7以上の条件下で共重合することにより、特開平03-227482に記載の紙力増強剤の効果を損なうことなく、汙水度、紙力強度に優れる紙力増強剤を開発すべく、鋭意検討を重ねた結果本発明を達成するに至った。即ち、本発明は以下のとおりである。

(イ)(メタ)アクリルアミド(a)60～99.5モル%と下記一般式(1)

20※機酸の塩類(b)を0.5～40モル%、pH7以上でラジカル重合することを特徴とする紙力増強剤の製造方法。

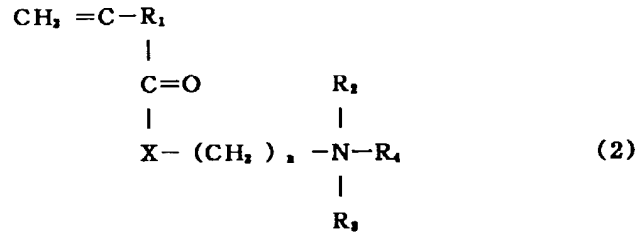
(ロ)(メタ)アクリルアミド(a)1～99モル%と下記一般式(1)

★高分子体(c)と、該水溶性高分子体(c)の1～70重量%に対し(メタ)アクリルアミド(a)30～99重量%を、pH7以上の条件でラジカル重合を行うことを特徴とする紙力増強剤の製造方法。

(ハ)(メタ)アクリルアミド(a)60～99.49モル%と下記一般式(1)

☆ニル化合物(d)0.01～10モル%を、pH7以上でラジカル重合することを特徴とする紙力増強剤の製造方法。

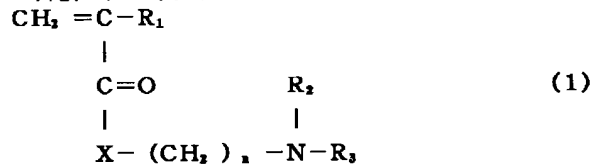
(ニ)その他共重合可能なビニル化合物(d)が下記一般式(2)



(式中、 R_1 は水素原子またはメチル基、 R_2 、 R_3 は水素原子または炭素数1～3の低級アルキル基、 R_4 は炭素数1～3の低級アルキル基またはベンジル基、 n は1～4の整数、 X は酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物及び/またはそれらの有機ないし無機酸の塩類または、 α 、 β -不飽和(モノ及び/又*

*はポリ)カルボン酸及び/又はそれらの有機ないし無機塩類または架橋剤から選ばれた1種または2種以上の化合物であることを特徴とする上記(ハ)記載の紙力増強剤の製造方法。

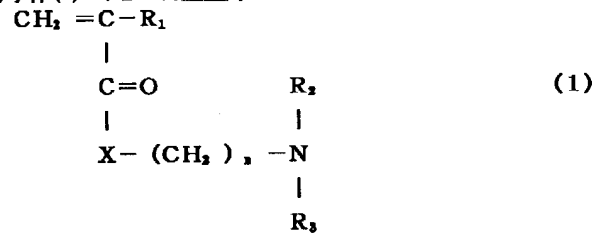
(ホ)(メタ)アクリルアミド(a)1～99モル%と下記一般式(1)



(式中、 R_1 は水素原子またはメチル基、 R_2 、 R_3 は水素原子または炭素数1～3の低級アルキル基、 n は1～4の整数、 X は酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機酸の塩類(b)1～99モル%をラジカル重合することにより得られる重量平均分子量が1,000～500,000の水溶性高分子体(c)と、該水溶性高分子体(c)の1～70重量%※

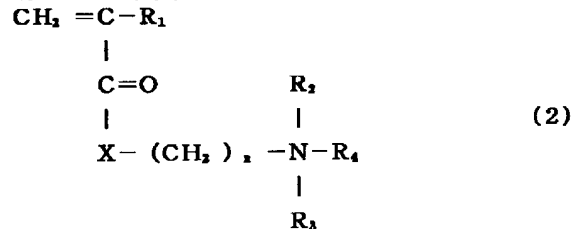
※に対し(メタ)アクリルアミド70～99モル%及び共重合可能なモノマー(d)1～30モル%の混合溶液を99～30重量%、pH7以上の条件でラジカル重合を行うことを特徴とする紙力増強剤の製造方法。

(ヘ)その他共重合可能なモノマー(d)が、下記一般式(1)



(式中、 R_1 は水素原子またはメチル基、 R_2 、 R_3 は水素原子または炭素数1～3の低級アルキル基、 n は1～4の整数、 X は酸素原子あるいはNH基を示す。)で★

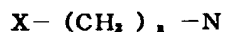
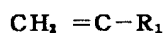
★表されるビニル化合物又はそれらの有機ないし無機酸の塩類、または下記一般式(2)



(式中、 R_1 は水素原子またはメチル基、 R_2 、 R_3 は水素原子または炭素数1～3の低級アルキル基、 R_4 は炭素数1～3の低級アルキル基またはベンジル基、 n は1～4の整数、 X は酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物又はそれらの有機ないし無機酸☆

☆の塩類または、 α 、 β -不飽和(モノ及び/又はポリ)カルボン酸又はそれらの有機ないし無機塩類または架橋剤から選ばれた1種または2種以上の化合物であることを特徴とする上記(ホ)記載の紙力増強剤の製造方法。(ヘ)下記一般式(1)

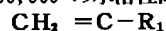
11



12

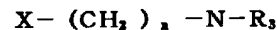
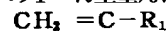
(1)

(式中、 R_1 は水素原子またはメチル基、 R_2 、 R_3 は水素原子または炭素数1～3の低級アルキル基、 n は1～4の整数、 X は酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機酸の塩類(b)を、ラジカル重合することにより得られる重量平均分子量が1,000～500,000の水溶性高分子体*



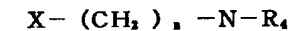
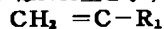
(1)

(式中、 R_1 は水素原子またはメチル基、 R_2 、 R_3 は水素原子または炭素数1～3の低級アルキル基、 n は1～4の整数、 X は酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機酸の塩類(b)を、ラジカル重合することにより得られる重量平均分子量が1,000～500,000の水溶性高分子体(e)と、該水溶性高分子体(e)の1～70重量%に対し



(1)

(式中、 R_1 は水素原子またはメチル基、 R_2 、 R_3 は水素原子または炭素数1～3の低級アルキル基、 n は1～4の整数、 X は酸素原子あるいはNH基を示す。)で★



(2)

(式中、 R_1 は水素原子またはメチル基、 R_2 、 R_3 は水素原子または炭素数1～3の低級アルキル基、 R_4 は炭素数1～3の低級アルキル基またはベンジル基、 n は1～4の整数、 X は酸素原子あるいはNH基を示す。)で表されるビニル化合物又はそれらの有機ないし無機酸の塩類または、 α 、 β -不飽和(モノ及び/又はポリ)カルボン酸又はそれらの有機ないし無機塩類または架橋剤から選ばれた1種または2種以上の化合物であること☆50

* (e) と、該水溶性高分子体(e)の1～70重量%に対し(メタ)アクリルアミド30～99モル%をpH7以上の条件下でラジカル重合を行うことを特徴とする紙力増強剤の製造方法。

(ト) 下記一般式(1)

※ (メタ)アクリルアミド70～99モル%及びその他共重合可能なモノマー(d)1～30モル%の混合溶液を99～30重量%、pH7以上の条件下でラジカル重合を行うことを特徴とする紙力増強剤の製造方法。

(チ) その他共重合可能なモノマー(d)が、下記一般式(1)

★表されるビニル化合物又はそれらの有機ないし無機酸の塩類または、下記の一般式(2)

☆を特徴とする上記の(チ)に記載の紙力増強剤の製造方法。

(リ) (イ)～(チ)の何れかに記載の紙力増強剤を用いて製造した紙。

【0005】以下、本発明を更に詳細に説明する。本発明の紙力増強剤は、(メタ)アクリルアミド(a)及び前記一般式(1)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機酸の塩類(b)を主成分とし、pH7

以上においてラジカル重合することにより製造される。また、前記(d)成分とは、一般式(2)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機乃至無機酸の塩類、または α 、 β -不飽和(モノ及び/又はポリ)カルボン酸及び/又はそれらの有機ないし無機塩類、または、架橋剤から選ばれた1種または2種以上の化合物である。前記一般式(1)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機乃至無機酸の塩類(b)の添加量は通常0.5~40モル%である。0.5モル%未満では重合反応が進みに難く、また、40モル%を越えると重合反応を制御することが非常に困難となる。また、水溶性重合体(c)または(e)を使用する場合には水溶性重合体の分子量を調整することが可能であるため、前記一般式(1)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機酸の塩類(b)の添加量は特に制限されない。さらに、共重合可能な前記(d)成分は10モル%を越えると、重合反応を制御することが非常に困難となる。本発明の紙力増強剤を重合する方法としては、水溶性ビニル化合物の重合に用いられる公知の方法、例えば、水溶液重合、沈澱重合、乳化重合等を用いることができるが、重合方法を何ら制限するものではない。重合方法として好ましくは、重合熱の吸収に都合の良い水溶液重合である。本発明の紙力増強剤の製造方法は、(メタ)アクリルアミド(a)と前記一般式(1)のビニル化合物及び/又はそれらの有機乃至無機酸の塩類(b)を必須成分として、共重合可能なビニル化合物(d)を前記の割合で加え、水溶液下において下記pH調整剤をによりpH7以上に調整し、10~90℃に加熱し、これに下記重合開始剤を加え、0.5~5時間重合し、重合終了後pHを下記pH調整剤により4~5に調整することにより達成される。また、水溶性重合体(c)、(e)を使用する場合も上記条件下で重合することにより製造される。重合温度は重合開始剤の種類、量によっても多少異なるが通常0~90℃、好ましくは10~60℃である。また、重合時のビニル化合物の濃度は通常1~40重量%であり、好ましくは10~30重量%である。この様にして得られた紙力増強剤は、下記測定方法によれば重量平均分子量が800,000~2,500,000の水溶性高分子体であった。分子量測定方法は昭和電工(株)製Shodex^(R) GPC system-11にShodexOHpak KB80Mを接続し、移動相としてホルムアミド-亜硝酸ナトリウム系を使用し、示差屈折率検出器により検出し、クロマトグラフデータ処理システムLabchart180により解析することにより重量平均分子量を求めることができる。

【0006】本発明で用いられる(メタ)アクリルアミドは、粉体あるいは水溶液の状態でも市販され、工業的に通常使用されているものであれば何れも使用することができる。本発明に用いられる上記一般式(1)で表される構造を有するビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機酸の塩類(b)とは、(メタ)アクリルアミドと共重合可能な塩基性ビニル系化合物が適当である。この

様な塩基性ビニル系化合物としては、例えば、N、N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリルアミド、N、N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリルアミド、N、N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド、N、N-ジエチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド、ジメチルアミノエチル(メタ)クリレート、ジエチルアミノエチル(メタ)クリレート、ジメチルアミノプロピル(メタ)クリレート、ジエチルアミノプロピル(メタ)クリレート及びそれらの有機ないし無機酸の塩類等から選ばれた1種または2種以上の化合物が挙げられる。

【0007】また、本発明に用いられるその他共重合可能なモノマー(d)としては、前記一般式(1)で表されるビニル化合物及び/又はそれらの有機ないし無機酸の塩類である。また、前記一般式(2)で表される構造を有するビニル化合物及び/又はそれらの有機乃至無機酸の塩類とは、前記一般式(1)のビニル化合物(b)と、メチルクロライド、ジメチル硫酸、エピクロロヒドリンもしくはベンジルクロライド等の4級化剤との反応によって得られる、第4級化ビニル化合物の有機乃至無機酸の塩類から選ばれた1種または2種以上の化合物を例示することができる。また、 α 、 β -不飽和(モノ及び/又はポリ)カルボン酸及び/又はそれらの有機ないし無機塩類とは、例えばマレイン酸、フマル酸、イタコン酸、アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸もしくはシトラコン酸等の不飽和カルボン酸あるいはそれらのナトリウム塩もしくはカリウム塩などのアルカリ金属塩またはアンモニウム塩等の群から選ばれた1種または2種以上の化合物を例示することもできる。さらに、架橋剤としては、メチレンビス(メタ)アクリルアミド、エチレンビス(メタ)アクリルアミド、エチレングリコール(メタ)アクリレート、ジエチレングリコール(メタ)アクリレート、トリエチレングリコール(メタ)アクリレート、ジビニルベンゼン等の2官能型架橋剤、あるいはトリメチロールプロパンアクリレート、トリアクリル酸ペンタエリスリトール等の3官能型架橋剤を例示することができる。その他共重合可能なビニルモノマーとしては、アクリロニトリル、メタクリロニトリルの如き不飽和ニトリル、スチレン、スチレン誘導体、メタスチレン、酢酸ビニル、ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシエチルメタアクリレート、グリシジルメタアクリレート、ブトキシメチルアクリルアミド等の群から選ばれた1種または2種以上の化合物も例示することもできる。

【0008】本発明に用いられる重合開始剤としては、例えば、過酸化水素、過酸化ベンゾイルの如き過酸化物質、過硫酸ナトリウム、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウムの如き過硫酸塩、臭素酸ナトリウム、臭素酸カリウムの如き臭素酸塩、過ホウ酸ナトリウム、過ホウ酸カリウム、過ホウ酸アンモニウムの如き過ホウ酸塩、過炭

酸ナトリウム、過炭酸カリウム、過炭酸アンモニウムの如き過炭酸塩、過リン酸ナトリウム、過リン酸カリウム、過リン酸アンモニウムの如き過リン酸塩等が挙げられる。更に、アゾビスイソプロピロニトリル、2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン) 2塩酸塩等が使用できる。さらに、本発明に用いられるビニル化合物の重合開始剤としては、前記の酸化剤の他、還元剤を共存させる重合方法、すなわちレドックス重合を行うことも可能である。レドックス重合に用いられる還元剤としては、硫酸第一鉄、塩化第一鉄の如き鉄類、重亜硫酸ナトリウム、重亜硫酸カリウム、メタ重亜硫酸ナトリウム、メタ重亜硫酸カリウム、チオ硫酸ナトリウム、チオ硫酸カチウム、亜硝酸ナトリウム、亜硫酸ナトリウム等の水溶性無機還元剤が挙げられる。重合開始剤の添加量は通常全ビニル化合物に対して0.001~10重量%の範囲で使用される。本発明に用いられるpH調整剤としては、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、アンモニア等のアルカリ化剤、また、硫酸、塩酸等の鉱酸が挙げられる。本発明の紙力増強剤が前記高性能を示す理由として、現在得られている本発明者らの知見によれば、該紙力増強剤が高分子量ポリマーであり、かつその分子半径が大きいために、パルプ繊維に存在している水酸基等とより、多くの水素結合を形成することができるため紙力強度が増加すると考えられる。また、高分子量ポリマーが得られるのは、本発明の製造条件、すなわち、pH7以上での重合反応によるものと考えられる。pH7以上において重合反応をおこなった場合、通常起こる二重結合の開裂反応に加え、N、N-ジメチルアミノエチルメタクリレート等の塩基性ビニルモノマー末端に存在している塩基性窒素原子と前記重合開始剤が相互作用することにより、N、N-ジメチルアミノエチルメタクリレート等の塩基性ビニルモノマー末端にラジカル重合成長反応可能なラジカルが発生し、その点よりグラフト化が起こるものと推察されている。すなわち、本発明において製造される紙力増強剤は、特開平03-227482において製造される紙力増強剤とポリマー構造が異なっており、その特殊構造ゆえ、ポリマー分子が従来の紙力増強剤に比較し非常に高分子量となり、また、紙力増強剤として優れた効果を示すと考えられている。また、一旦、水溶性高分子体(c)を重合し、それを組成の一部として、その後アルカリ性で重合する方法においては、水溶性高分子体(c)の重合においてモノマーを滴下しながら重合すること等によりその分子構造を変化させ、最終的に製造される紙力増強剤の分子量、分子構造を各製紙会社の抄造系において最大限の効果を発揮するようコントロールすることが可能である。本発明の紙力増強剤は通常、次のような方法で使用される。即ち、パルプスラリー中に、攪拌しながら硫酸または苛性ソーダ等で抄紙pH調整をおこない、必要に応じて所定量の硫酸アルミニウムを添加し、次に該紙力増強剤を添加する。硫酸アルミニウ

ム、該紙力増強剤の添加順序は特に問わないが、抄紙時ワイヤー上での水切れを特に重要視する場合には、先に硫酸アルミニウムを添加し、次に該紙力増強剤を添加する方法が好ましい。抄紙後プレス脱水を行い、ドラムドライヤーで乾燥して乾紙を得る。該乾紙に含まれる紙力増強剤は通常、固形分として0.05~3.0重量%が適当である。本発明の方法により得られた紙力増強剤は、従来の紙力増強剤の特徴である、広い有効抄紙pH領域を持ち、サイズ剤、填料の定着率向上、及び、光学性能低下抑制効果等を損なうことなく汜水度、紙力強度を高めた紙力増強剤である。

【0009】

【実施例】以下、実施例で本発明を詳細に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。以下において部、%は特記する以外は重量基準である。また、評価方法は下記によった。

実施例1

攪拌器、温度計、還流冷却器、窒素導入管を備えた11の4つ口セパラブルフラスコに、40%アクリルアミド250部、ジメチルアミノエチルメタクリレート20部、市水530部、苛性ソーダを加え、pH8.0とし窒素置換を行いつつ温度を40℃まで昇温する。その後過硫酸アンモニウムを加え60分間重合した後、硫酸を加え冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度7400cps、pH4.8の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定方法により決定された重量平均分子量は1,700,000であった。この製品をAとする。

実施例2

実施例1と同じセパラブルフラスコに、40%アクリルアミド250部、ジメチルアミノエチルメタクリレート16部、80%アクリル酸2.5部、市水550部、苛性ソーダを加え、pH8.0とし窒素置換を行いつつ温度を40℃まで昇温する。その後過硫酸アンモニウムを加え60分間重合した後、硫酸を加え冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度5600cps、pH4.8の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定方法により決定された重量平均分子量は1,850,000であった。この製品をBとする。

実施例3

実施例1と同じセパラブルフラスコに、40%アクリルアミド250部、ジメチルアミノエチルメタクリレート16部、80%アクリル酸2.0部、70%メタクリロイルオキシエチルジメチルベンジルアンモニウムクロライド8.0部、市水580部、苛性ソーダを加え、pHを8.0とし窒素置換を行いつつ温度を40℃まで昇温する。その後過硫酸アンモニウムを加え60分間重合した後、硫酸を加え冷却し重合反応を完了させたところ、25℃におけるブルックフィールド粘度8300cp

s、pH4.5の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定方法により決定された重量平均分子量は1,550,000であった。この製品をCとする。

実施例4

実施例1と同じセパラブルフラスコに、40%アクリルアミド250部、ジメチルアミノエチルメタクリレート16部、70%メタクリロイルオキシエチルジメチルベンジルアンモニウムクロライド8.0部、市水570部、苛性ソーダを加えpHを8.0とし窒素置換を行いつつ温度を40℃まで昇温する。その後過硫酸アンモニウムを加え60分間重合した後、硫酸を加え冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度8000cps、pH4.4の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定方法により決定された重量平均分子量は1,450,000であった。この製品をDとする。

実施例5

実施例1と同じセパラブルフラスコに、40%アクリルアミド250部、ジメチルアミノエチルメタクリレート16部、80%アクリル酸2.0部、70%メタクリロイルオキシエチルジメチルベンジルアンモニウムクロライド8.0部、1%メチレンビス(メタ)アクリルアミド20.5部、市水590部、苛性ソーダを加えpHを8.0とし窒素置換を行いつつ温度を40℃まで昇温する。その後過硫酸アンモニウムを加え60分間重合した後、硫酸を加え冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度6000cps、pH4.7の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定方法により決定された重量平均分子量は2,350,000であった。この製品をEとする。

実施例6

〔水溶性高分子体(c)の製造〕攪拌器、温度計、還流冷却器、窒素導入管を備えた11の4つ口セパラブルフラスコに、40%アクリルアミド67.6部、ジメチルアミノエチルメタクリレート60.0部、市水742.8部、pH調整剤として硫酸を加えて混合しpH4とし30℃に加温した。これに重合開始剤として過硫酸アンモニウム、亜硫酸ナトリウムを加え、攪拌下において3時間重合することにより水溶性高分子体(c)を得た。前記測定法より決定された重量平均分子量は250,000であった。この水溶性高分子体をS-1とする。

〔水溶性高分子体(e)の製造〕水溶性高分子体(c)の製造に用いたものと同じセパラブルフラスコに、ジメチルアミノエチルメタクリレート100部、市水900部、pH調整剤として硫酸を加えて混合しpH4とし30℃に加温した。これに重合開始剤として過硫酸アンモニウム、亜硫酸ナトリウムを加え、攪拌下において3時間重合することにより水溶性高分子体(e)を得た。前記測定法より決定された重量平均分子量は20,000であった。この水溶性高分子体をS-2とする。

実施例7

実施例1と同じセパラブルフラスコに、S-1を100部、40%アクリルアミド300部、ジメチルアミノエチルメタクリレート15.0部、市水500部苛性ソーダを加えpHを8.0とし窒素置換を行いつつ温度を40℃まで昇温する。その後過硫酸アンモニウムを加え60分間重合した後、硫酸を加え冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度7000cps、pH4.0の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定法より決定された重量平均分子量は1,900,000であった。この製品をFとする。

実施例8

実施例1と同じセパラブルフラスコに、S-2を100部、40%アクリルアミド300部、ジメチルアミノエチルメタクリレート15.0部、市水500部苛性ソーダを加えpHを8.0とし窒素置換を行いつつ温度を40℃まで昇温する。その後過硫酸アンモニウムを加え60分間重合した後、硫酸を加え冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度9100cps、pH4.6の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定法より決定された重量平均分子量は2,400,000であった。この製品をGとする。

【0010】実施例9

実施例1と同じセパラブルフラスコに、S-1を200部、40%アクリルアミド300部、ジメチルアミノエチルメタクリレート15.0部、80%アクリル酸1.73部、市水500部、苛性ソーダを加えpHを8.0とし窒素置換を行いつつ温度を40℃まで昇温する。その後過硫酸アンモニウムを加え60分間重合した後、硫酸を加え冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度6000cps、pH4.4の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定法より決定された重量平均分子量は1,500,000であった。この製品をHとする。

実施例10

実施例1と同じセパラブルフラスコに、S-2を200部、40%アクリルアミド300部、ジメチルアミノエチルメタクリレート10.0部、80%アクリル酸1.73部、市水500部、苛性ソーダを加えpHを8.0とし窒素置換を行いつつ温度を40℃まで昇温する。その後過硫酸アンモニウムを加え60分間重合した後、硫酸を加え冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度6700cps、pH4.2の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定法より決定された重量平均分子量は1,900,000であった。この製品をIとする。

実施例11

実施例1と同じセパラブルフラスコに、S-1を200部、40%アクリルアミド300部、ジメチルアミノエチルメタクリレート10.0部、70%メタクリロイル

19

オキシエチルジメチルベンジルアンモニウムクロライド 7.1部、80%アクリル酸1.73部、市水500部、苛性ソーダを加えpHを8.0とし窒素置換を行いつつ温度を40℃まで昇温する。その後過硫酸アンモニウムを加え60分間重合した後、硫酸を加え冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度8200cps、pH4.4の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定法より決定された重量平均分子量は1,700,000であった。この製品をJとする。

実施例12

実施例1と同じセバラブルフラスコに、S-2を200部、40%アクリルアミド300部、ジメチルアミノエチルメタクリレート10.0部、70%メタクリロイルオキシエチルジメチルベンジルアンモニウムクロライド7.1部、80%アクリル酸1.73部、市水500部、苛性ソーダを加えpHを8.0とし窒素置換を行いつつ温度を40℃まで昇温する。その後過硫酸アンモニウムを加え60分間重合した後、硫酸を加え冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度7700cps、pH4.6の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定法より決定された重量平均分子量は2,000,000であった。この製品をKとする。

【0011】比較例1

実施例1と同じセバラブルフラスコに40%アクリルアミド300部、ジメチルアミノエチルメタクリレート10.0部、80%アクリル酸1.73部、市水500部の混合液に硫酸または苛性ソーダを加えpH4.5とし、窒素置換を行いつつ40℃に加温し、過硫酸アンモニウムを加え攪拌下において60分間重合し冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度5200cps、pH4.5の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定法より決定された重量平均分子量は600,000であった。この製品をLとする。

比較例2

実施例1と同じセバラブルフラスコに、40%アクリルアミド300部、ジメチルアミノエチルメタクリレート15.0部、市水400部の混合液に、硫酸または苛性ソーダを加えpH4.5とし窒素置換を行いつつ40℃に加温し、過硫酸アンモニウムを加え攪拌下において60分間重合した後、冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度2000cps、pH4.3の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定法より決定された重量平均分子量は700,000であった。この製品をMとする。

比較例3

実施例1と同じセバラブルフラスコに、40%アクリルアミド250部、ジメチルアミノエチルメタクリレート

20

16部、80%アクリル酸2.0部、70%メタクリロイルオキシエチルジメチルベンジルアンモニウムクロライド8.0部、1%メチレンビス(メタ)アクリルアミド20.5部、市水590部の混合液に硫酸または苛性ソーダを加えpHを4.5とし窒素置換を行いつつ40℃に加温し、過硫酸アンモニウムを加え60分間重合した後、冷却し重合反応を完了させたところ、25℃におけるブルックフィールド粘度6000cps、pH4.7の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定法により決定された重量平均分子量は650,000であった。この製品をNとする。

比較例4

実施例1と同じセバラブルフラスコに、S-1を100部、40%アクリルアミド300部、ジメチルアミノエチルメタクリレート15.0部、市水500部の混合液に硫酸または苛性ソーダを加えpHを4.5とし、窒素置換を行いつつ40℃に加温し、過硫酸アンモニウムを加え攪拌下において60分間重合後、冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度4800cps、pH4.4の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定法より決定された重量平均分子量は590,000であった。この製品をOとする。

比較例5

実施例1と同じセバラブルフラスコに、S-2を100部、40%アクリルアミド300部、ジメチルアミノエチルメタクリレート15.0部、市水500部の混合液に硫酸または苛性ソーダを加えpHを4.5とし、窒素置換を行いつつ40℃に加温し、過硫酸アンモニウムを加え攪拌下において60分間重合後、冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度5700cps、pH4.4の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定法より決定された重量平均分子量は690,000であった。この製品をPとする。

比較例6

実施例1と同じセバラブルフラスコに、S-1を100部、40%アクリルアミド300部、ジメチルアミノエチルメタクリレート15.0部、80%アクリル酸2.7部、市水500部の混合液に硫酸または苛性ソーダを加えpH4.5とし、窒素置換を行いつつ40℃に加温し、過硫酸アンモニウムを加え攪拌下において60分間重合後、冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度5700cps、pH4.4の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定法より決定された重量平均分子量は500,000であった。この製品をQとする。

比較例7

実施例1と同じセバラブルフラスコに、S-2を100部、40%アクリルアミド300部、ジメチルアミノエチルメタクリレート15.0部、アクリル酸2.7部、市水500部の混合液に硫酸または苛性ソーダを加えp

21

Hを4.5とし、窒素置換を行いつつ40℃に加温し、過硫酸アンモニウムを加え攪拌下において60分間重合後、冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度5200cps、pH4.4の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定法より決定された重量平均分子量は550,000であった。この製品をRとする。

比較例8

実施例1と同じセパラブルフラスコに、S-1を100部、40%アクリルアミド300部、ジメチルアミノエチルメタクリレート15.0部、80%アクリル酸2.7部、70%メタクリロイルオキシエチルジメチルベンジルアンモニウムクロライド8.0部、1%メチレンビス(メタ)アクリルアミド20.5部、市水500部の混合液に硫酸または苛性ソーダを加えpHを4.5とし窒素置換を行いつつ40℃に加温し、過硫酸アンモニウムを加え攪拌下において60分間重合後、冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘度8700cps、pH4.4の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定法より決定された重量平均分子量は760,000であった。この製品をTとする。

比較例9

実施例1と同じセパラブルフラスコに、S-2を100部、40%アクリルアミド300部、ジメチルアミノエチルメタクリレート15.0部、アクリル酸2.7部、70%メタクリロイルオキシエチルジメチルベンジルアンモニウムクロライド8.0部、1%メチレンビス(メタ)アクリルアミド20.5部、市水500部の混合液に硫酸または苛性ソーダを加えpHを4.5とし、窒素置換を行いつつ40℃に加温し、過硫酸アンモニウムを加え攪拌下において60分間重合後、冷却し重合反応を完了させたところ25℃におけるブルックフィールド粘

22

度7200cps、pH4.4の安定な水溶性の重合体を得られた。前記測定法より決定された重量平均分子量は690,000であった。この製品をUとする。

【0012】応用例1~11及び比較応用例1~9

段ボール故紙から得られた叩解度(カナディアン・スタンダード・フリーネス、以下c. s. fと記す)420mlである濃度1.0%のバルブスラーに硫酸アルミニウムを乾燥重量基準で対バルブ1.0%添加して1分間攪拌した。このときのバルブスラーのpHは5.0であった。また、硫酸アルミニウムを添加する直前に、水酸化ナトリウムを乾燥重量基準で対バルブ0.05%、0.08%添加する以外は同様の操作で調整したバルブスラーのpHは6.0、7.0であった。次いで実施例1で得られた紙力増強剤を乾燥基準で対バルブ0.5%添加し攪拌をさらに1分間継続した。しかる後得られたバルブスラーを用いTAPPI角型シートマシーンで抄紙した。抄紙したウェットシートはドラムドライヤーにて、110℃、3分間乾燥を行い、坪量150g/m²の手抄き紙を得た。この乾紙を応用例1とする。得られた乾紙を20℃、RH65%の恒温恒湿室にて24時間以上のシーズニングを行った後、JIS法に従って、比破裂強度(JIS-P8112)、比圧縮強度(JIS-P8126)、沝水度の測定(JIS-P8121)をおこなった。その結果を第1~3表に示した。応用例1の加工紙を得る方法において、実施例1の紙力増強剤(A)を変える以外は、全く同一条件及び同一操作にて、応用例2~11、比較応用例1~9の紙を得た。また、応用例2~11、比較応用例1~9の紙の比破裂強度、比圧縮強度、沝水度の測定も応用例1の紙の評価と全く同一条件及び同一操作にて行った。

【0013】

【表1】

| 応用例 | 添加剤 | 比破裂強度 | 比圧縮強度 | 濾水度(ml) |
|--------|-----|-------|-------|---------|
| 応用例1 | A | 2.00 | 22.1 | 510 |
| 応用例2 | B | 2.01 | 22.9 | 505 |
| 応用例3 | C | 2.17 | 23.1 | 495 |
| 応用例4 | D | 2.08 | 22.9 | 505 |
| 応用例5 | E | 2.16 | 23.3 | 505 |
| 応用例6 | F | 2.12 | 22.9 | 515 |
| 応用例7 | G | 2.06 | 22.0 | 530 |
| 応用例8 | H | 2.04 | 22.9 | 520 |
| 応用例9 | I | 2.04 | 22.6 | 530 |
| 応用例10 | J | 2.11 | 23.1 | 520 |
| 応用例11 | K | 2.16 | 23.4 | 525 |
| 比較応用例1 | L | 1.87 | 21.1 | 480 |
| 比較応用例2 | M | 1.85 | 21.0 | 485 |
| 比較応用例3 | N | 1.91 | 20.9 | 475 |
| 比較応用例4 | O | 1.80 | 20.5 | 500 |
| 比較応用例5 | P | 1.79 | 20.0 | 520 |
| 比較応用例6 | Q | 1.82 | 21.1 | 510 |
| 比較応用例7 | R | 1.80 | 20.8 | 520 |
| 比較応用例8 | T | 2.06 | 22.0 | 460 |
| 比較応用例9 | U | 2.08 | 22.2 | 465 |

パルプスラリー pH5.0

25
第2表

| 応用例 | 添加剤 | 比破裂強度 | 比圧縮強度 | 濾水度(ml) |
|--------|-----|-------|-------|---------|
| 応用例1 | A | 2.03 | 22.2 | 505 |
| 応用例2 | B | 2.01 | 22.8 | 510 |
| 応用例3 | C | 2.13 | 23.0 | 495 |
| 応用例4 | D | 2.06 | 22.9 | 505 |
| 応用例5 | E | 2.15 | 22.0 | 510 |
| 応用例6 | F | 2.12 | 23.1 | 515 |
| 応用例7 | G | 2.06 | 22.3 | 540 |
| 応用例8 | H | 2.05 | 22.8 | 520 |
| 応用例9 | I | 2.01 | 22.5 | 535 |
| 応用例10 | J | 2.10 | 23.4 | 520 |
| 応用例11 | K | 2.16 | 23.2 | 525 |
| 比較応用例1 | L | 1.87 | 21.1 | 475 |
| 比較応用例2 | M | 1.87 | 21.1 | 485 |
| 比較応用例3 | N | 1.92 | 21.1 | 475 |
| 比較応用例4 | O | 1.82 | 20.4 | 505 |
| 比較応用例5 | P | 1.79 | 20.0 | 520 |
| 比較応用例6 | Q | 1.85 | 21.3 | 515 |
| 比較応用例7 | R | 1.81 | 20.5 | 520 |
| 比較応用例8 | T | 2.05 | 21.8 | 470 |
| 比較応用例9 | U | 2.06 | 22.1 | 460 |

パルプスラリーpH6.0

27
第3表

| 応用例 | 添加剤 | 比破裂強度 | 比圧縮強度 | 濾水度(ml) |
|--------|-----|-------|-------|---------|
| 応用例1 | A | 1.96 | 21.6 | 500 |
| 応用例2 | B | 1.97 | 22.3 | 495 |
| 応用例3 | C | 2.14 | 22.9 | 480 |
| 応用例4 | D | 2.05 | 22.5 | 500 |
| 応用例5 | E | 2.12 | 23.0 | 495 |
| 応用例6 | F | 2.10 | 22.6 | 510 |
| 応用例7 | G | 2.03 | 21.6 | 525 |
| 応用例8 | H | 2.00 | 22.5 | 515 |
| 応用例9 | I | 2.00 | 22.1 | 520 |
| 応用例10 | J | 2.07 | 22.7 | 505 |
| 応用例11 | K | 2.12 | 22.6 | 515 |
| 比較応用例1 | L | 1.76 | 20.6 | 465 |
| 比較応用例2 | M | 1.79 | 20.5 | 475 |
| 比較応用例3 | N | 1.88 | 19.9 | 465 |
| 比較応用例4 | O | 1.78 | 20.1 | 490 |
| 比較応用例5 | P | 1.73 | 19.5 | 510 |
| 比較応用例6 | Q | 1.78 | 20.6 | 500 |
| 比較応用例7 | R | 1.76 | 19.9 | 510 |
| 比較応用例8 | T | 2.00 | 21.7 | 450 |
| 比較応用例9 | U | 2.05 | 22.0 | 455 |

パルプスラリーpH7.0

【0016】

【発明の効果】本発明による紙力増強剤は、従来の紙力増強剤に比較して、比破裂強度、比圧縮強度、濾水度に*

40*において優れた紙力効果を示し、且つ、抄造系のpH変動の影響を受けにくいという特徴を有する優れた紙力増強剤であることは表第1～3から明かである。

フロントページの続き

(72)発明者 松原 次男
神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井
東圧化学株式会社内

First Hit**End of Result Set**☐ **Generate Collection** **Print**

L4: Entry 1 of 1

File: DWPI

Oct 15, 2002

DERWENT-ACC-NO: 1994-132066

DERWENT-WEEK: 200275

COPYRIGHT 2004 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Paper strength increasing agents having good water filtration deg -
comprises radical polymerising (meth)acrylamide and vinyl cpds in acid region.

PATENT-ASSIGNEE: MITSUI TOATSU CHEM INC (MITK)

PRIORITY-DATA: 1992JP-0190476 (July 17, 1992)

Search Selected**Search ALL****Clear**

PATENT-FAMILY:

| PUB-NO | PUB-DATE | LANGUAGE | PAGES | MAIN-IPC |
|--|------------------|----------|-------|------------|
| <input type="checkbox"/> JP 3335383 B2 | October 15, 2002 | | 016 | D21H017/45 |
| <input type="checkbox"/> JP 06080737 A | March 22, 1994 | | 015 | C08F220/56 |

APPLICATION-DATA:

| PUB-NO | APPL-DATE | APPL-NO | DESCRIPTOR |
|--------------|--------------------|----------------|----------------|
| JP 3335383B2 | September 24, 1992 | 1992JP-0254704 | |
| JP 3335383B2 | | JP 6080737 | Previous Publ. |
| JP 06080737A | September 24, 1992 | 1992JP-0254704 | |

INT-CL (IPC): C08F 220/36; C08F 220/56; D21H 17/37; D21H 17/45; D21H 21/18

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 06080737A

BASIC-ABSTRACT:

Prodn comprises radical-polymerising 60-99.5 mole% (a) (meth)acrylamide and 0.5-40 mole% (b) vinyl cpds of formula (I) and/or their organic or inorganic acid salts at pH of at least 7. In (I), R1=H or CH3; and R2 and R3= H or 1-3C alkyl; n= 1-4; and X= O or NH.

Also claimed are the prodn of paper strength increasing agents (PSIA) by radical-polymerising 1-99 mole% (a) and 1-99 mole% (b) and radical-polymerising 1-70 wt% (c) water-soluble high mol substances having wt average mol wt of 1000-500,000 obtd above and 30-99 wt% of (a) in pH of at least 7, and the prodn of PSIA by radical-polymerising 60-99.49 mole% (a), 0.5-30 mole% (b) and 0.01-10 mole% (d) vinyl comonomers in pH of at least 7.

Pref (d) are vinyl cpds of formula (II) and/or their organic or inorganic acid salts, alpha,beta-unsatd (mono and/or poly)carboxylic acids and/or their organic or inorganic salts and crosslinking agents. In (II) R4= 1-3C alkyl or benzyl.\$

ADVANTAGE - The PSIA have good specific bursting strength, specific compression strength and water-filtration deg and are not influenced by change of pH of the paper-mfg system.

In an example, 250 pts (wt) of 40% acrylamide, 20 pts dimethylaminoethyl methacrylate and 530 pts of city water were charged to a flask and adjusted to pH 8.0 with caustic soda. While the atmos of the flask was replaced with N2, the system was heated to 40 deg C. Ammonium persulphate was added to the system. The monomers were polymerised for 60 mins. The system was cooled with sulphuric acid. A Water-soluble polymer having a Brookfield viscosity of 7400 cp at 25 deg C and a pH of 4.8 was obtd. It has a Mw of 1,700,000.

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 06080737A
EQUIVALENT-ABSTRACTS:

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

DERWENT-CLASS: A14 A97 F09
CPI-CODES: A02-A03; A04-D04A; A04-D09; A12-W06B; F05-A06C;